

**Method for mfg. nano alumina****Patent number:** CN1401575**Publication date:** 2003-03-12**Inventor:** SHEN DIXIN (CN); CHEN HONGDE (CN); TIAN QUN (CN)**Applicant:** BIOLOMIC ENVIRONMENT RES CT CH (CN)**Classification:****- international:** B01J13/00; C01F7/02; B01J13/00; C01F7/00; (IPC1-7): C01F7/02; B01J13/00**- european:****Application number:** CN20010124048 20010809**Priority number(s):** CN20010124048 20010809**Also published as:** CN1151070C (C)**Report a data error here****Abstract of CN1401575**

A gamma-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticle (less than 20 nm) is prepared through reverse sol-gel method, supercritical fluid drying method, and calcining at 900 deg.C for 2 hr. Its specific surface area is 140 sq.m/g.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

C01F 7/02

B01J 13/00



## [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 01124048.2

[45] 授权公告日 2004 年 5 月 26 日

[11] 授权公告号 CN 1151070C

[22] 申请日 2001.8.9 [21] 申请号 01124048.2

[71] 专利权人 中国科学院生态环境研究中心

地址 100085 北京市海淀区双清路 18 号

[72] 发明人 沈迪新 陈宏德 田 群 周克斌

审查员 史卫良

[74] 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公司

代理人 汤保平

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

[54] 发明名称 纳米三氧化二铝的制备方法

[57] 摘要

本发明涉及纳米  $\gamma$ -三氧化二铝 ( $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 颗粒的制备方法。采用反向溶胶-凝胶法和超临界流体干燥法，经 900℃焙烧 2 小时，制备纳米  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒。用 X-射线衍射 (XRD)、透射电镜法 (TEM) 和比较面积 (BET) 对颗粒晶相、尺寸、形貌和比表面积进行观察测定。制备得到的  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒尺寸在几个 - 20nm，有部分聚集成须状体，900℃焙烧 2 小时后，表面积 140m<sup>2</sup>/g。

ISSN 1000-8427 4

1、一种纳米三氧化二铝的制备方法，包括下列步骤：

- 5 · 可溶性铝盐为原料，配制浓度为 0.1-0.3mol/L 的可溶性铝盐溶液；
- 氨水为沉淀剂，浓度为氨水:水=1:3，加入添加剂聚乙二醇和乳化  
剂曲拉通搅拌混匀，添加剂在沉淀剂中的加入量为 0.5-2.5vol%；乳化剂  
在沉淀剂中的加入量为 0.05-0.13vol%；
- 于 25-60℃将铝盐溶液滴加至沉淀剂中，形成凝胶，该凝胶溶液  
10 pH9-12；
- 凝胶在母液中陈化；
- 过滤，用去离子水洗涤以及用无水乙醇交换；
- 超临界流体干燥后焙烧，焙烧温度为 900℃，得尺寸为几个-20nm  
的三氧化二铝。

15 2、根据权利要求 1 所述的纳米三氧化二铝的制备方法，其特征在于所述可溶性铝盐原料为硫酸铝铵、硝酸铝、三氯化铝、纯金属铝片或高岭土。

20 3、根据权利要求 1 所述的纳米三氧化二铝的制备方法，其特征在于所述乳化剂为曲拉通 X-100、曲拉通 X-155 和曲拉通 X-200 其中的一种。

4、根据权利要求 1 所述的纳米三氧化二铝的制备方法，其特征在于所述添加剂为聚乙二醇 200 或聚乙二醇 1540。

## 纳米三氧化二铝的制备方法

5

### 技术领域

本发明涉及一种纳米三氧化二铝的制备方法。

### 背景技术

10 本发明提出的三氧化二铝 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 是工业催化剂、机动车排放污染净化催化剂、电子工业以及高技术陶瓷的重要原料之一。

15 纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒的活性及其在催化领域应用至关重要，由于纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒的小尺寸效应，表面效应，量子尺寸效应和宏观量子隧道效应等方面呈现常规材料不具备的特性，在催化学科领域有广阔应用前景。纳米  
颗粒由于尺寸小，表面所占的体积百分数大，表面的键态和电子态与颗粒内部不同，表面原子配位不全等导致表面的活性位增加，这就使它具备了作为催化剂的优越条件。纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒作为催化剂载体的主要作用是协同提高反应速度，增加反应效率；决定反应路径，具有优良的选择性；降低反应温度。这些特性和优越性是其它催化剂不可比拟的。

20 目前有关这方面的背景技术尤其是专利不多见有报道，所能看到有：  
CN 1085187、CN 1146973 和 CN 1079718。在这些报道中，有关纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  制备方法，一般采用可溶性铝盐溶液为原料，以氨水作为沉淀剂滴加到铝盐溶液中。如此沉淀反应过程中的 PH 是随时间变化，无法控制在一个固定的 PH 范围内进行反应，最终制得的凝胶粒径分布较宽。而本发  
明应用反向沉淀法，可控制凝胶粒径的分布在一定的范围内。

### 发明内容

本发明的目的在于提供一种纳米三氧化二铝的制备方法，本发明制得的纳米三氧化二铝颗粒尺寸小，表面所占的体积百分数大。

30 本发明提供的纳米三氧化二铝制备方法采用可溶性铝盐为原料，配

成一定浓度溶液，然后滴加到含有乳化剂和添加剂的沉淀剂中获得凝胶，经洗涤、超临界流体干燥，焙烧得到  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 。

本发明采用硫酸铝铵、硝酸铝、三氯化铝、纯金属铝片或高岭土作为制备纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的原料，上述原料制备的可溶性铝盐浓度为 0.1-0.3mol/L；以氨水为沉淀剂，其浓度为氨水:水=1:3，乳化剂为曲拉通 X-100、曲拉通-155 或曲拉通 200，在上述沉淀剂中加入量为 0.05-0.13vol%；添加剂为聚乙二醇 200 或聚乙二醇 1540，在上述沉淀剂中加入量为 0.5-2.5vol%；制备凝胶的反应温度为 25-60℃，pH9-12；得到的超细颗粒经 900℃焙烧即可得到尺寸为几个-20nm 的  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 。

10

#### 附图说明

为进一步了解本发明，下面以实施例作详细说明，并给出附图描述本发明得到的纳米  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  的特性表征，其中：

- 15 图 1 为  $\text{Al}_2\text{O}_3$  样品的 X-衍射 (XRD) 谱图；
- 图 2 为  $\text{Al}_2\text{O}_3$  样品的透射电镜 (TEM) 照片；
- 图 3 为  $\text{Al}_2\text{O}_3$  样品的选区电子衍射照片。

#### 具体实施方式

实施例 1：原料为硫酸铝铵，配制成的可溶性铝盐浓度为 0.1mol/L，  
20 沉淀剂浓度为氨水:水=1:3，取 400ml 沉淀剂，分别加入乳化剂曲拉通 100，其加入量为 0.05vol%，添加剂聚乙二醇 200，加入为 2.5vol%，在 40℃强力搅拌 15 分钟，滴加可溶性铝盐溶液 1000ml，可得水合氧化铝凝胶溶液，其 pH 在 9-12 之间；将制备所得的凝胶在母液中陈化，陈化时间可在 12-24 小时，本实施例陈化 18 小时然后抽滤，用去离子水洗涤 8-10 次，用无水乙醇数次交换凝胶中的水，用超临界流体干燥法干燥，干燥后获得的超细颗粒在 900℃焙烧 2 小时，即得到纳米  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 。

实施例 2、原料为硝酸铝，配制成的可溶性铝盐溶液浓度为 0.3mol/L，  
沉淀中分别加入曲拉通 X-155，其加入量为 0.1vol%，添加剂聚乙二醇 1540，加入为 0.5vol%，在 40℃强力搅拌 10 分钟，滴加可溶性铝盐溶液 1000ml，可得水合氧化铝凝胶溶液，其 pH 在 9-12 之间；900℃焙烧 4

小时。其余同实施例 1。

实施例 3、原料为三氯化铝，配制成的可溶性铝盐浓度为 0.2mol/L，沉淀中分别加入曲拉通 X-200，其加入量为 0.13vol%，添加剂聚乙二醇 1540，加入为 1.5vol%。其余同实施例 1。

5 实施例 4、原料为金属铝片。其余同实施例 1。

实施例 5、原料为高岭土。其余条件同实施例 1。

请参看图 1。从图 1 XRD 看，本发明获得的样品特征衍射峰为  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 。其特征峰呈现宽化现象，说明颗粒很小，用 Scherre 方程计算颗粒尺寸约为 17nm。

10 请参看图 2。从图 2 样品透射电镜形貌照片来看，颗粒尺寸在几个-10nm。由于颗粒尺寸很小，比表面能大，有部分颗粒聚集呈须状物。

请参看图 3。从图 3 样品的选区电子衍射图来看，有衍射斑出现，说明样品颗粒很小，又有晶化现象出现。

样品经 900℃焙烧 2 小时后，BET（比表面积的测定）测定结果为  
15 140m<sup>2</sup>/g。

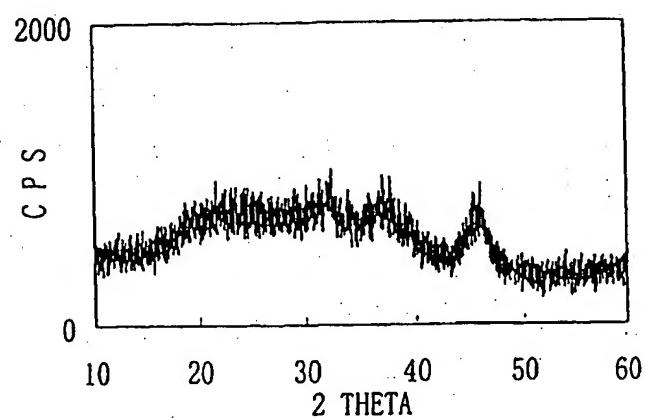


图 1

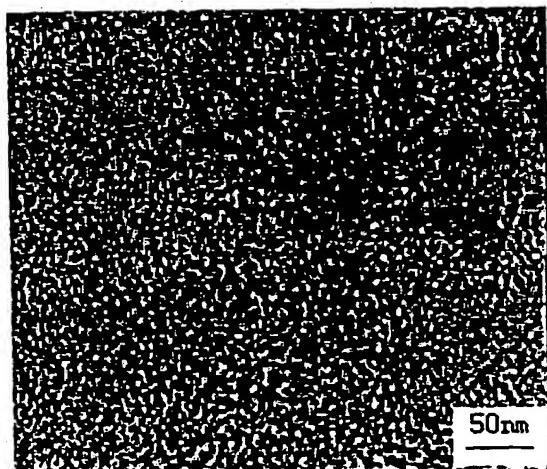


图 2



图 3